

日 本 国 特 許 庁
JAPAN PATENT OFFICE

M. Oonuma
9/30/03
477713
10f1

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日
Date of Application: 2 0 0 2 年 1 0 月 1 1 日

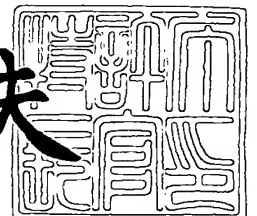
出 願 番 号
Application Number: 特 願 2 0 0 2 - 2 9 8 4 8 4
[ST. 10/C]: [J P 2 0 0 2 - 2 9 8 4 8 4]

出 願 人
Applicant(s): 住友化学工業株式会社

2 0 0 3 年 7 月 3 0 日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

今 井 康 夫



出証番号 出証特 2 0 0 3 - 3 0 6 0 5 3 5

【書類名】 特許願

【整理番号】 P154927

【提出日】 平成14年10月11日

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 C07C 39/08

【発明者】

 【住所又は居所】 千葉県市原市姉崎海岸 5 の 1 住友化学工業株式会社内

 【氏名】 大沼 満

【特許出願人】

 【識別番号】 000002093

 【氏名又は名称】 住友化学工業株式会社

【代理人】

 【識別番号】 100093285

 【弁理士】

 【氏名又は名称】 久保山 隆

 【電話番号】 06-6220-3405

【選任した代理人】

 【識別番号】 100113000

 【弁理士】

 【氏名又は名称】 中山 亨

 【電話番号】 06-6220-3405

【選任した代理人】

 【識別番号】 100119471

 【弁理士】

 【氏名又は名称】 榎本 雅之

 【電話番号】 06-6220-3405

【手数料の表示】

 【予納台帳番号】 010238

 【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 0212949

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 ジヒドロキシベンゼンの製造方法

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 ジイソプロピルベンゼンを酸化する工程と、ジ（2-ジヒドロペルオキシ-2-プロピル）ベンゼンを酸分解する工程を含むジヒドロキシベンゼンの製造プロセスにおける、ジ（2-ジヒドロペルオキシ-2-プロピル）ベンゼンの酸分解反応工程が、下記工程を含むことを特徴とするジヒドロキシベンゼンの製造方法。

（1）無水硫酸をガス化して溶剤に溶解し、無水硫酸の溶液を調合する工程。

（2）該無水硫酸の溶液を触媒として、ジ（2-ジヒドロペルオキシ-2-プロピル）ベンゼンの分解反応器に供給してジ（2-ジヒドロペルオキシ-2-プロピル）ベンゼンを酸分解し、ジヒドロキシベンゼンを得る工程。

【請求項 2】 請求項 1 記載の溶剤がケトン類である請求項 1 記載のジヒドロキシベンゼンの製造方法。

【請求項 3】

請求項 2 記載のケトン類がアセトンおよび／またはメチルイソブチルケトンである請求項 2 記載のジヒドロキシベンゼンの製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、ジイソプロピルベンゼンを酸化する工程と、ジ（2-ジヒドロペルオキシ-2-プロピル）ベンゼンを酸分解する工程を含むジヒドロキシベンゼンの製造方法に関し、スケール生成の少ない優れたジ（2-ジヒドロペルオキシ-2-プロピル）ベンゼンの分解触媒調合工程を含むジヒドロキシベンゼンの製造方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】

ジヒドロキシベンゼンは、通常ジイソプロピルベンゼンを酸化する工程と、ジ（2-ジヒドロペルオキシ-2-プロピル）ベンゼンを酸分解する工程を含むプ

ロセスにより製造されている。中間体のジ（2-ジヒドロペルオキシ-2-プロピル）ベンゼンの酸分解反応工程においては、無水硫酸を酸分解反応触媒として使用している。この無水硫酸の物性は、沸点 4 4 . 8 ℃、凝固点 1 6 . 8 ℃であり、かつその使用量は極めて微量であるので、取り扱いが極めて困難である。そこで従来は、無水硫酸をアセトンに溶解し、濃度 0 . 0 1 ~ 1 0 . 0 w t % の無水硫酸アセトン溶液を調合し、分解反応器への安定供給が行われてきた（例えば、特許文献 1 参照。）。

【 0 0 0 3 】

前記特許文献 1 には、無水硫酸アセトン溶液の調合方法についての記載はないが、一般的には、液体の無水硫酸をアセトンに滴下あるいは液中に供給する等の方法で無水硫酸アセトン溶液の調合が通常行われる。しかし、この方法では無水硫酸とアセトンの接触部分において局部的に加熱され、アセトンの熱分解による重合物等のスケールが生成し、調合槽内のスケール除去の頻度が多いことや、希アセトン溶液をジ（2-ジヒドロペルオキシ-2-プロピル）ベンゼンの酸分解反応器へ供給するに際して、触媒供給ポンプのストレーナー切り替え頻度が大であること、分解反応器への供給ラインがスケールで閉塞するなど製造プラントの安定運転に問題があった。

【 0 0 0 4 】

【特許文献 1】

特開平 9 - 1 4 3 1 1 1 号公報（第 3 頁）

【 0 0 0 5 】

【発明が解決しようとする課題】

かかる現状において、本発明はジイソプロピルベンゼンを酸化する工程と、ジ（2-ジヒドロペルオキシ-2-プロピル）ベンゼンを酸分解する工程を含むジヒドロキシベンゼンの製造プロセスにおける、ジ（2-ジヒドロペルオキシ-2-プロピル）ベンゼンの酸分解反応工程において、スケールを発生しない無水硫酸の希薄溶液の調製工程、および該スケールの少ない無水硫酸の希薄溶液を触媒として供給する工程を含む、安定運転の可能なジヒドロキシベンゼンの製造方法の提供を目的とする。

【0006】**【課題を解決するための手段】**

すなわち本発明は、ジイソプロピルベンゼンを酸化する工程と、ジ（2-ジヒドロペルオキシ-2-プロピル）ベンゼンを酸分解する工程を含むジヒドロキシベンゼンの製造プロセスにおける、ジ（2-ジヒドロペルオキシ-2-プロピル）ベンゼンの酸分解反応工程が、下記工程を含むことを特徴とするジヒドロキシベンゼンの製造方法に係るものである。

（1）無水硫酸をガス化して溶剤に溶解し、無水硫酸の溶液を調合する工程。

（2）該無水硫酸の溶液を触媒として、ジ（2-ジヒドロペルオキシ-2-プロピル）ベンゼンの分解反応器に供給してジ（2-ジヒドロペルオキシ-2-プロピル）ベンゼンを酸分解し、ジヒドロキシベンゼンを得る工程。

【0007】**【発明の実施の形態】**

本発明で用いられる無水硫酸をガス化して調合する工程の溶剤としては、ケトン類が好適に用いられ、中でもアセトンまたはメチルイソブチルケトンが好ましい。アセトンとメチルイソブチルケトンの混合溶剤を用いてもよい。

【0008】

無水硫酸をガス化して調合する工程は、例えば下記のごとく行われる。

【0009】

無水硫酸液をポンプアップして、無水硫酸の濃度が、0.01～10wt%程度の希薄溶液となるように流量計および調節弁で流量調整した後、熱交換器で加熱して無水硫酸液をガス化する。加熱温度は、無水硫酸がガス化する温度であればよく、溶剤の沸点以下に加熱するのが好適である。アセトンに溶解する場合は、55℃程度まで加熱するのが適当である。ガス化した無水硫酸は溶剤が入っている調合槽に送られる。無水硫酸ガスのフィードノズル位置は、溶剤の液中になるように液面を調整し、ガスをバブリングして混合する。混合に際して、溶剤との接触をさらによくするため攪拌機を用いてもよい。無水硫酸の熱交換器および調合槽への供給は、前記の如くポンプおよび流量計を用いて送ってもよいが、計量器を用いて計量した後、ポンプによる送液または窒素などの不活性ガスによる

圧送によって熱交換器および調合槽へ送ってもよい。

【0010】

上記のようにして調合した無水硫酸の希薄溶液を触媒として、ジ（2-ジヒドロペルオキシ-2-プロピル）ベンゼンの分解反応器に供給してジ（2-ジヒドロペルオキシ-2-プロピル）ベンゼンを酸分解し、ジヒドロキシベンゼンが得られる。

【0011】

【実施例】

次に、実施例により本発明を説明する。

実施例 1

無水硫酸液をポンプアップして、0.8 wt %の溶液が得られるように流量計および調節弁で流量調整した後、熱交換器で55℃程度まで加熱し、無水硫酸液をガス化した。ガス化した無水硫酸をアセトンで満たした調合槽に送り、無水硫酸ガスのフィードノズル位置を溶剤の液中になるように液面を調整して、無水硫酸ガスをバブリングさせて溶解した。調合槽内のスケールの発生はほとんど見られなかった。このようにして調合した無水硫酸のアセトン溶液をジ（2-ジヒドロペルオキシ-2-プロピル）ベンゼンの分解反応器に供給してジ（2-ジヒドロペルオキシ-2-プロピル）ベンゼンの酸分解を行った。酸分解を行っている間のアセトン溶液フィードポンプのストレーナーの詰りはなく、安定運転が可能であった。

【0012】

比較例 1

無水硫酸液をポンプアップして、0.8 wt %の溶液が得られるように流量計および調節弁で流量調整し、そのまま無水硫酸をアセトンで満たした調合槽に送りアセトンと混合した。無水硫酸液のフィードノズル位置は、溶剤の液中になるように液面を調整し、攪拌を行いながら溶解した。調合槽内にはスケールの発生が見られ、調合槽内のスケールパージを週一回行う必要があり、週40 L程度のスケールが発生した。また、このようにして調合した無水硫酸のアセトン溶液をジ（2-ジヒドロペルオキシ-2-プロピル）ベンゼンの分解反応器に供給して

ジ（2-ジヒドロペルオキシ-2-プロピル）ベンゼンの酸分解を行ったところ、アセトン溶液フィードポンプのストレーナーの詰りがあり、ストレーナー切り替えを週一回は行う必要があった。

【 0 0 1 3 】

【発明の効果】

無水硫酸をガス化して溶剤に溶解することにより、無水硫酸の希薄溶液の調合に際してスケール発生が見られず、該無水硫酸の希薄溶液を触媒としてジ（2-ジヒドロペルオキシ-2-プロピル）ベンゼンの酸分解工程に供給することにより、安定運転の可能なジヒドロキシベンゼンの製造方法の提供が可能になった。

【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 安定運転の可能なジヒドロキシベンゼンの製造方法を提供する。

【解決手段】 ジイソプロピルベンゼンを酸化する工程と、ジ（2-ジヒドロペルオキシ-2-プロピル）ベンゼンを酸分解する工程を含むジヒドロキシベンゼンの製造プロセスにおける、ジ（2-ジヒドロペルオキシ-2-プロピル）ベンゼンの酸分解反応工程が、下記工程を含むことを特徴とするジヒドロキシベンゼンの製造方法。

- （1）無水硫酸をガス化して溶剤に溶解し、無水硫酸の溶液を調合する工程。
- （2）該無水硫酸の溶液を触媒として、ジ（2-ジヒドロペルオキシ-2-プロピル）ベンゼンの分解反応器に供給してジ（2-ジヒドロペルオキシ-2-プロピル）ベンゼンを酸分解し、ジヒドロキシベンゼンを得る工程。

【選択図】 なし

特願 2002-298484

出願人履歴情報

識別番号

[000002093]

1. 変更年月日
[変更理由]

1990年 8月28日

新規登録

住 所
氏 名

大阪府大阪市中央区北浜4丁目5番33号
住友化学工業株式会社